

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of: Kunert et al.

Application No.: 09/943,739

Filed : September 4, 2001

For : Device and Process for Introducing Gases Into a Hot Medium



**SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT(S)**

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, D. C. 20231

Sir:

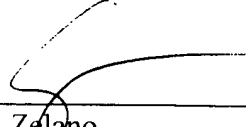
Submitted herewith is a certified copy of each of the below-identified document(s),  
benefit of priority of each of which is claimed under U.S.C. § 119:

<b><u>COUNTRY</u></b>	<b><u>APPLICATION NO.</u></b>	<b><u>FILING DATE</u></b>
Germany	100 43 872.5	September 4, 2000

Acknowledgment of the receipt of the above document(s) is requested.

No fee is believed to be due in association with this filing, however, the Commissioner is hereby authorized to charge fees under 37 CFR 1.16 and 1.17 which may be required to facilitate this filing, or credit any overpayment to Deposit Account #13-3402.

Respectfully submitted,

  
\_\_\_\_\_  
Anthony J. Zelano  
Registration No. 27,969  
Attorney for Applicants

MILLEN, WHITE, ZELANO  
& BRANIGAN, P.C.  
Arlington Courthouse Plaza I  
2200 Clarendon Blvd. Suite 1400  
Arlington, Virginia 22201  
Telephone: (703) 243-6333  
Facsimile: (703) 243-6410  
Attorney Docket No.: SGW-110  
Date: January 8, 2002

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 100 43 872.5

**Anmeldetag:** 04. September 2000

**Anmelder/Inhaber:** Schott Glas,  
Mainz/DE

**Bezeichnung:** Vorrichtung und Verfahren zum Einleiten von Gasen  
in ein heißes Medium

**IPC:** B 01 J, C 03 B

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 20. September 2001  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

## PATENTANSPRÜCHE

1. Vorrichtung zum Einleiten von Gasen in ein heißes Medium, wobei die Vorrichtung (1) ein Rohr (2) zum Einleiten von Gas und einen das Rohr (2) umgebenden Kühlmantel (3) enthält.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, wobei der Kühlmantel (3) das Rohr (2) bis zu dessen Mündung (2a) umgibt.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Kühlmedium für den Kühlmantel (3) Gas oder ein Gasgemisch, Öl oder ein Ölgemisch, Silikonöl oder ein Silikonölgemisch, Wasser oder eine wässrige Lösung ist.
4. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, wobei das eingeleitete Gas Chlorgas oder ein Gemisch aus Chlorgas und anderen Gasen ist.
5. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, wobei das Material der mit dem einzuleitenden Gas in Kontakt stehenden Flächen der Vorrichtung Platin oder eine Legierung von Platin ist.
6. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, wobei das Medium, in das das Gas eingeleitet wird, geschmolzenes Glas ist.
7. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, wobei der Behälter eine Glasschmelzwanne, ein Unterteil davon oder ein Tiegel ist.

8. Verfahren zum Einleiten von Gasen in ein heißes Medium, wobei Gas über eine Vorrichtung (1) enthaltend ein Rohr (2) und einen das Rohr (2) umgebenden Kühlmantel (3) in ein heißes Medium eingeleitet wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8, wobei der Kühlmantel (3) das Rohr (2) bis zu dessen Mündung (2a) umgibt.
10. Verfahren nach den Ansprüchen 8 oder 9, wobei der Kühlmantel (3) mit Wasser oder einer wässrigen Lösung gekühlt wird.
11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 10, wobei als Gas Chlorgas oder ein Gemisch aus Chlorgas und anderen Gasen eingeleitet wird.
12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 11, wobei das Gas in geschmolzenes Glas eingeleitet wird.
13. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 12, wobei das Gas in eine Glasschmelzwanne, ein Unterteil davon oder einen Tiegel eingeleitet und in Läuterteilen sowie Konditionierteilen eingesetzt wird.
14. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 13, wobei das Verfahren kontinuierlich durchgeführt wird.
15. Verwendung der Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7 zur Einleitung von Chlorgas oder einem Gemisch aus Chlorgas und anderen Gasen in eine Schmelze aus dem Glas für Laseranwendung hergestellt wird.

## **Vorrichtung und Verfahren zum Einleiten von Gasen in ein heißes Medium**

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zum Einleiten von Gasen in ein heißes Medium.

Bei der kontinuierlichen Herstellung von Laserglas für Hochleistungslaser werden die Glasrohstoffe in einem Einschmelzbecken eingeschmolzen. Bei Verlassen des Einschmelzbeckens ist der Wassergehalt für eine Verwendung als Laserglas deutlich zu hoch. Daher wird das Glas in eine Reinigungs- und Trocknungsstufe geleitet, in der eine Mischung aus Sauerstoff und Chlorgas in unterschiedlichen Anteilen in die Schmelze eingeleitet wird. Die Temperaturen in der Schmelze betragen etwa 1400°C. Anschließend wird das Glas hinsichtlich Homogenität und Temperatur für die Formgebung eingestellt und in die gewünschte Form gebracht.

Zur Erreichung der geforderten geringen Absorption bei einer Lichtwellenlänge oberhalb von 2,7  $\mu\text{m}$  muß ein sehr niedriger Wassergehalt, daher sehr niedriger Gehalt an Hydroxyl- Gruppen, gewährleistet werden. Der geforderte niedrige Wassergehalt kann bei diskontinuierlichen Schmelzen durch eine lange Haltezeit der Schmelze und Einleitung von Sauerstoff erreicht werden.

Bei einem kontinuierlichen Aggregat sind so lange Halte- und Durchlaufzeiten wirtschaftlich nicht durchführbar. Als sehr effizientes Trocknungsmittel wird Chlorgas in die Schmelze eingeleitet. Da Platinmetall üblicherweise gegenüber der Glasschmelze bei den auftretenden Temperaturen beständig ist, wird zur Einleitung des Chlorgases ein Platinrohr verwendet. Dieses wird von oben bis nahe oberhalb des Bodens in den Tiegel eingetaucht. Durch das Platinrohr wird Chlorgas eingeleitet. Das Chorgas durchsprudelt von unten die Schmel-

ze. Dabei erfolgt die Trocknungswirkung. Da sich das Platinrohr in der heißen Schmelze befindet, erreicht es ebenfalls Temperaturen von über 1000 °C. Es hat sich gezeigt, dass ein Platinrohr bei diesen Temperaturen innerhalb kurzer Betriebszeit durch das aggressive Chlorgas perforiert und teilweise aufgelöst wird. Die Funktion der Gaseinleitung ist dann nicht gewährleistet, so dass der Wassergehalt auf unzulässig hohe Werte ansteigt. Zusätzlich kommt es durch das aufgelöste Platin zu einer unzulässig hohen Zahl von Platineinschlüssen im Glas. Als Folge muss die Produktion bereits nach kurzer Zeit gestoppt werden.

Bei der Herstellung von Gläsern, die hohen Qualitätsanforderungen genügen müssen, ist es ein gängiges Verfahren, Gase in die Glasschmelzen einzuleiten, um durch die eingeleiteten Gase bestimmte Reaktionen hervorzurufen. Durch die Einleitung von Sauerstoff oder von reduzierenden Gasen können im Glas enthaltene färbende polyvalente Ionen gezielt in ihrer Oxidationsstufe eingestellt werden, um so eine gewünschte Farbe des Glases zu erzielen oder auch um eine ungewünschte Verfärbung des Glases zu verhindern. In kleinen Schmelzaggregaten werden dazu üblicherweise geeignet gebogene Rohre aus Materialien, die den Schmelztemperaturen widerstehen und die Schmelze nicht verunreinigen, wie Kieselglas oder Platin, von oben bis nahe oberhalb des Tiegelbodens in die Schmelze eingeführt.

In großtechnischen Aggregaten werden ebenfalls an verschiedenen Stellen Gase in die Schmelze eingeleitet. Größtenteils dienen die sogenannten Bubblingdüsen zu einer gezielten Beeinflussung des Strömungsverlaufes in den Glasschmelzwannen. In solchen Fällen wird zumeist Sauerstoff, seltener Luft oder inerte Gase verwendet. Durch reaktive Gase kann auch Einfluss auf chemische Reaktionen in der Glasschmelze genommen werden.

Die gängigen Verfahren zur Gaseinleitung in Schmelzen sind bei der kontinuierlichen Produktion von aggressiven Glasschmelzen, insbesondere von

Phosphatglasschmelzen für Hochleistungsläser, nicht anwendbar. Von oben in die Schmelze eingetauchte Platinrohre werden in kurzer Zeit teilweise aufgelöst und perforiert, so daß das Rohr seine Wirkung nicht mehr erfüllen kann. Zusätzlich führt die starke Auflösung des Platins zur Bildung einer Vielzahl von kleinsten Platinteilchen in der Glasschmelze, wodurch aus der Schmelze hergestelltes Glas als Laserglas unbrauchbar wird.

Ein Ersatz des von oben in die Schmelze eingetauchten Platineinleitungsrohres durch Rohre aus anderen Materialien, wie Keramik oder Kieselglas führt nicht zu einer dauerhaften Lösung des Problems, da sich alle Materialien in der aggressiven Schmelze in wenigen Stunden auflösen und somit für eine kontinuierliche Glasproduktion nicht geeignet sind.

Eine Einleitung des Gases durch den Boden des die Schmelze enthaltenden Gefäßes war aufgrund der Korrosionswirkung der aggressiven Schmelze, die alle bekannten Materialien zerstörte, bisher nicht möglich. Die Korrosion und Zerstörung der Gaseinleitungsvorrichtung am Boden des Schmelzgefäßes hätte ein Auslaufen der gesamten Schmelze und damit eine erhebliche Gefährdung des Personals sowie eine längerfristige Unterbrechung der Produktion zur Folge.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es eine Vorrichtung und ein wirtschaftliches und umweltfreundliches Verfahren bereitzustellen, wobei Gase über längere Zeit in ein heißes Medium eingeleitet werden, ohne dass es zu einer Beschädigung oder Auflösung der Vorrichtung durch das Gas kommt.

Die Aufgabe der Erfindung wird durch eine Vorrichtung zum Einleiten von Gasen in ein heißes Medium gelöst, wobei die Vorrichtung ein Rohr zum Einleiten von Gas und einen das Rohr umgebenden Kühlmantel enthält.

Durch die erfindungsgemäße Vorrichtung wird ein aggressives Gas geleitet, wobei die Kontaktflächen der Vorrichtung zu dem Gas durch eine geeignete Kühlung unterhalb einer kritischen Temperatur gehalten werden, oberhalb derer das Material der Vorrichtung mit dem aggressiven Gas reagieren würde.

Bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung werden die Teile, die Kontakt zu Gasen, wie Chlorgas haben, ausreichend gekühlt. Somit wird das Rohr aus Metall, wie Platin, nicht heiß, während es mit Chlorgas in Kontakt steht. Die erfindungsgemäße Vorrichtung bewirkt durch eine geeignete Kühlung, dass alle vom Glas unbedeckten Metallflächen, die in Kontakt mit den Gasen kommen können, sich nicht über eine kritische Temperatur erhitzen, bei der die verwendeten Metalle von den verwendeten Gasen aufgelöst werden. Der Kühlmantel umgibt das Rohr vorzugsweise bis zu dessen Mündung.

Nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung sind die gekühlten Kontaktflächen mit einer gegen Chlorgas bei den herrschenden Temperaturen chemisch beständigen Schicht überzogen. Die Schicht kann aus einer dünnen Platinschicht bestehen, die auf einen anderen Konstruktionswerkstoff aufgebracht wird. Es können aber auch hochfluorhaltige Kunststoffe eingesetzt werden. Durch die Kühlung ist gewährleistet, dass die Zersetzungstemperatur des Kunststoffes nicht überschritten wird. In dieser Ausführungsform können als Konstruktionsmaterial eine Vielzahl von Materialien, wie Stähle eingesetzt werden. Dadurch wird die eingesetzte Menge Edelmetall deutlich verringert, wodurch die Vorrichtung sowohl in der Herstellung als auch im Einsatz deutlich wirtschaftlicher wird.

Bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung werden als Kühlmedium für den Kühlmantel Gas oder ein Gasgemisch, Öl oder ein Ölgemisch, Silikonöl oder ein Silikonölgemisch, insbesondere Wasser oder eine wässrige Lösung verwendet. Dieses Kühlmedium ist wirtschaftlich und umweltfreundlich.



Das Material der Kontaktflächen der erfindungsgemäßen Vorrichtung besteht bevorzugt aus Platin oder eine Legierung von Platin. Die Kontaktflächen kommen mit dem Chlorgas unbedeckt in Kontakt. Mit diesem Material werden besonders gute Ergebnisse erzielt.

Das aggressive Gas, wie Chlor, wird mittels der erfindungsgemäßen Vorrichtung bevorzugt in eine Glasschmelzwanne, ein Unterteil davon oder ein Tiegel eingeleitet. Weiter wird beispielsweise Chlor mittels der erfindungsgemäßen Vorrichtung in Läuterteilen und Konditionierteilen eingeleitet.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird bevorzugt kontinuierlich durchgeführt. Bei der kontinuierlichen Herstellung von Laserglas wird bisher eine Einleitung des Chlorgases von unten ausgeschlossen, da ein Leck im Boden des Tiegels das Auslaufen des gesamten enthaltenen Glases zur Folge hätte. Dieses Problem wurde mit der erfindungsgemäßen Erfindung behoben.

Die Erfindung stellt eine Vorrichtung zur Verfügung, mit der aggressive Gase wie Chlorgas über längere Zeit in heiße Glasschmelzen sicher eingeleitet werden, ohne dass es zu einer Beschädigung oder Auflösung der Vorrichtung durch das aggressive Gas kommt.

Die Erfindung wird anhand einer Zeichnung näher erläutert.

Zeichnung

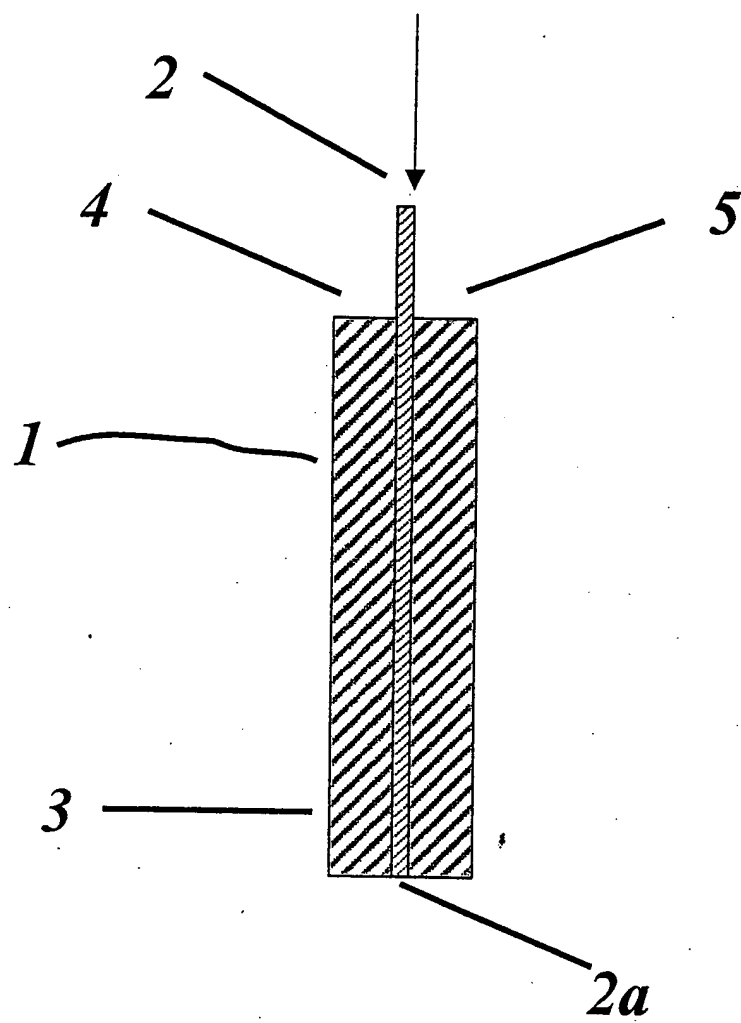
Die Zeichnung besteht aus Figuren 1 bis 3.

Figur 1 zeigt: eine erfindungsgemäße Vorrichtung (1), wobei das Reaktionsgas durch das Rohr (2) geleitet wird. Das Kühlmedium wird in den Kühlmantel (3) eingeleitet (4) und ausgeführt (5). Der Kühlmantel (3) umgibt das Rohr (2) bevorzugt bis zu dessen Mündung (2a).

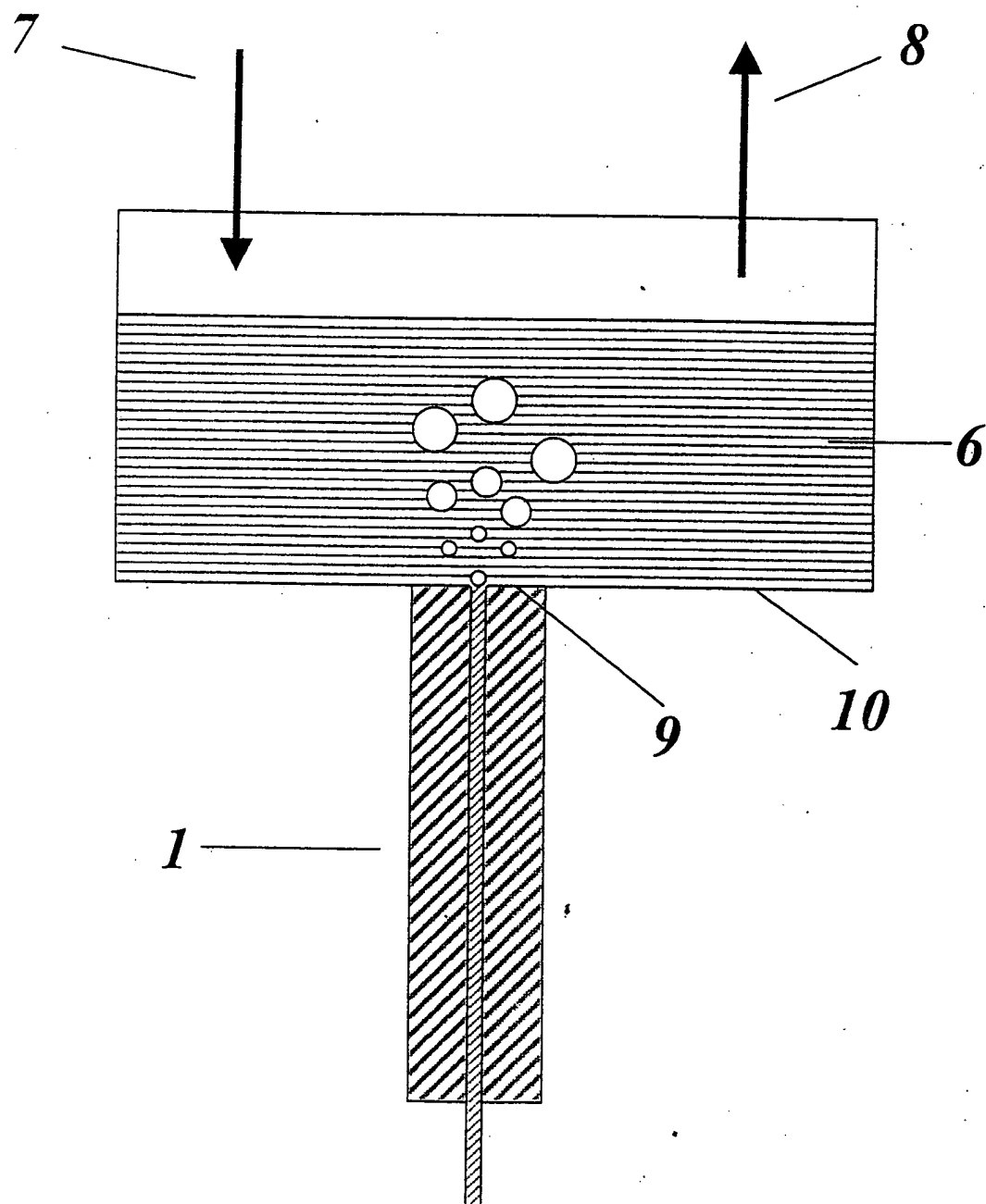
Figur 2 zeigt: die erfindungsgemäße Vorrichtung (1) wobei das Gas in der Reinigungs- und Trocknungsstufe von unten in die Schmelze (6) eingeleitet wird. Für die Schmelze (6) wird Glas vom Einschmelzen zugeleitet (7) und zur Weiterverarbeitung abgeführt (8). Die Vorrichtung (1) wird dazu gasdicht in eine Aussparung (9) im Boden (10) der Reinigungs- und Trocknungsstufe eingepasst und bei Bedarf eingeschweißt.

Figur 3 zeigt: die Reinigungs- und Trocknungsstufe wie in Figur 2 mit dem Unterschied, dass bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung (1) das Gas von oben in die Schmelze (6) eingeleitet wird. Dazu taucht die Vorrichtung (1) von oben bis knapp oberhalb des Tiegelbodens (11) in die Schmelze (6) ein.

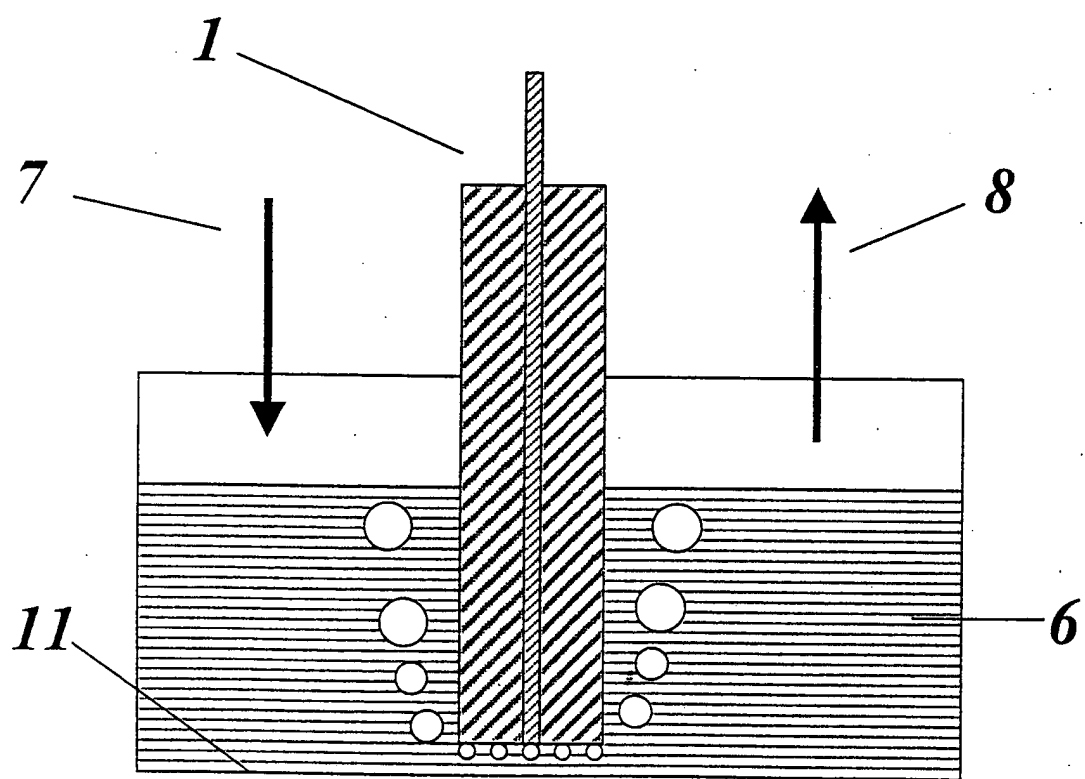
Die Ausführungsvariante gemäß Figur 3 wird vorzugsweise dort angewandt, wo eine bestehende Anlage nachträglich um eine Gaseinleitungsvorrichtung ergänzt werden muss. Da die gekühlten Flächen, die Kontakt mit der Glas-schmelze haben, deutlich größer sind als in Figur 2, ist in diesem Fall auch der Wärmeentzug aus der Schmelze stärker. Dies muss durch eine entsprechend stärkere Beheizung der Schmelze kompensiert werden.



***Figur 1***



**Figur 2**



*Figur 3*

## ZUSAMMENFASSUNG

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zum Einleiten von Gasen in ein heißes Medium, wobei die Vorrichtung (1) ein Rohr (2) zum Einleiten von Gas und einen das Rohr (2) umgebenden Kühlmantel (3) enthält.